

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

LÍLIAM CARMO DE CASTRO

**Estudo da adesão celular em placas de Ti comercialmente
puro após o tratamento de mistura de ácidos**

VOLTA REDONDA

2017

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

Estudo da adesão celular em placas de Ti comercialmente puro após o tratamento de mistura de ácidos

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, sob orientação da Prof^a. Dr^a. Sinara Borborema Gabriel e co-orientação da Prof^a. Dr^a. Monique Osório Talarico da Conceição, com área de concentração em processamento e caracterização de materiais reciclados, compósitos, nanomateriais e biomateriais, linha de pesquisa em materiais metálicos.

Aluno: Líliam Carmo de Castro

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Sinara Borborema Gabriel

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Monique Osório Talarico da Conceição

VOLTA REDONDA

2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tação Wagner - CRB 7/RJ 4316

C355e Castro, Líliam Carmo de.

Estudo da adesão celular em placas de Ti comercialmente puro após o tratamento de mistura de ácidos. / Líliam Carmo de Castro. - Volta Redonda: UniFOA, 2017.

53 p. : Il

Orientador(a): Prof^a Dr^a Sinara Borborema Gabriel

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2017

1. Materiais - dissertação. 2. Titânio. 3. Ácidos - tratamento. I. Gabriel, Sinara Borborema. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.1

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluna: Liliam Carmo de Castro

**ESTUDO DA ADESÃO CELULAR EM PLACAS DE Ti COMERCIALMENTE
PURO APÓS O TRATAMENTO DE MISTURA DE ÁCIDOS**

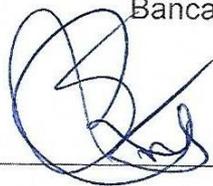
Orientadora:

Profa. Dra. Sinara Borborema Gabriel

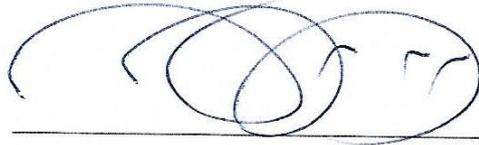
Coorientadora:

Profa. Dra. Monique Osório Talarico da Conceição

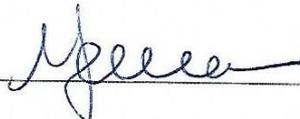
Banca Examinadora



Profa. Dra. Sinara Borborema Gabriel



Prof. Dr. Alexandre Fernandes Habibe



Profa. Dra. Monica Costa Rezende

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu marido Carlos Henrique Silveira de Castro que me apoiou em todo o curso de mestrado, principalmente nos momentos difíceis da vida que passei durante o processo de elaboração da minha dissertação, e a minha filha, que assistiu às aulas na minha barriga e como aluna especial após seu nascimento.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus que me proporcionou força e saúde para estar aqui hoje, a meus pais Rinaldo e Dinalva que sempre me apoiaram, me ajudaram, me educaram e moldaram todo meu caráter.

Agradeço à meu marido Carlos Henrique por ser meu alicerce durante todos estes anos e por ser meu colega e parceiro na elaboração deste trabalho ,pois sem ele nada seria possível. Á minha filha Elisa, que nos acompanhou em todas as etapas deste curso, durante a gravidez e após seu nascimento.

Agradeço também aos meus professores que me ensinaram e aprimoraram todo meu conhecimento a fim de enriquecer meu aprendizado, aos técnicos Luciano e Dirceu dos laboratórios da UNIFOA que foram exemplo de dedicação.

Agradeço ao Professor Hernane da Unesp e sua equipe, por toda dedicação e ajuda na análise de cultura de células.

Agradeço a Ana Maria, secretária do curso, por ser esta pessoa tão prestativa, maravilhosa e com um coração enorme, sem ela não teria conseguido concluir este curso.

Agradeço imensamente à minha espetacular orientadora, Professora Sinara, por sua paciência , capacidade didática e entendimento, por me ajudar a realizar mais esta etapa que foi este mestrado. A minha dedicada co-orientadora Monique, que sua paciência e competência me ajudou muito na finalização da dissertação.

RESUMO

O titânio é um dos metais que apresentam melhor biocompatibilidade com o organismo humano e um maior número de requisitos em cirurgias, dentre os biomateriais metálicos conhecidos como “metais especiais”. No intuito de melhorar a adesão e gerar uma melhor estimulação celular e, nesse contexto, um melhor processo cicatricial, vários são os tratamentos de superfície utilizados, tais como: tratamento químico através de ataque ácido ou eletro corrosão, tratamento por jateamento com substâncias como areia, zircônia ou óxido, laser sobre a superfície do implante e anodização. O objetivo deste trabalho é estudar o efeito do tratamento superficial em placas de Ti através do tratamento químico. A caracterização das placas de Ti será realizada por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X. A análise biológica será realizada através de cultura de células.

Palavras-chave: titânio cp, superfície de implantes, tratamento superficial, ataque de ácidos.

ABSTRACT

In order to improve adhesion and generate a better cellular stimulation and in this context a better cicatricial process, several surface treatments are used, such as: chemical treatment through acid etching or electro-corrosion, sandblasting with substances such as sand, zirconia Or oxide, laser on the surface of the implant and anodizing. Titanium is one of the metals that have the best biocompatibility with the human organism and a greater number of requirements in surgeries, among the metal biomaterials known as "special metals". The objective of this work is to study the effect of surface treatment on Ti plates through chemical treatment. The characterization of Ti plates will be performed by light microscopy, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. Biological analysis will be performed through cell culture.

Keywords: titanium cp, implant surface, surface treatment, acid attack.

LISTA DE SIGLAS

α	Alfa
β	Beta
%	por cento
$^{\circ}\text{C}$	graus Celsius
ATM	Articulação Temporomandibular
FIR	Fixação interna rígida
ASTM	American Society for Testing and Materials
DRX	Difração de raios-x
AFM	Microscopia de força atômica
ELS	Extralow intersticial
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Ra	Rugosidade média
Fe	Ferro
H	Hidrogênio
C	Carbono
O	Oxigênio
Pd	Paládio
N	Nitrogênio
Nm	Nanômetro, corresponde a 10^{-9} metros
Ti	Titânio
Ti-cp	Titânio comercialmente puro
TiO ₂	Óxido de titânio

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características do Ti	21
Tabela 2 – Mostra as temperaturas de transformação das fases alfa e beta para cada grau ASTM de titânio cp	22
Tabela 3 – Composição química do titânio comercialmente puro	24
Tabela 4 – Comparação entre o titânio, alumínio e aço entre algumas propriedades.....	25
Tabela 5 – Capacidade e proliferação celular	48

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-. Formas cristalográficas do titânio: hexagonal compacta e cúbica de corpo centrado	20
Figura 2: Efeito de elementos intersticiais na ductilidade e resistência do titânio puro.....	23
Figura 3 Imagem do crânio no perfil frontal e lateral, demonstrando osso mandibular e articulação temporomandibular	33
Figura 4 – Imagem de abertura bucal apresentando esquematicamente a luxação da mandíbula representada na letra C	34
Figura 5 – Esquema dos fatores que afetam o sucesso do implante dentário	35
Figura 6 – Representação esquemática das etapas envolvidas na osseointegração de implantes de Ti.	36
Figura 7 – Placa confeccionada	38
Figura 8 – Difratômetro de Raio X da UniFOA	39
Figura 9 – Microscópio eletrônico de varredura TM3000 HITACHI	40
Figura 10 – Desenho do experimento com cultura de células de acordo com os grupos	42
Figura 11 – Resultado do DRX da amostra	44
Figura 12 – Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura das amostras não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl/H ₂ SO ₄ com aumento de 500x	45
Figura 13 – Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura da amostra não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl/H ₂ SO ₄ com aumento de 1000x	46

Figura 14 – Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura da amostra não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl/H₂SO₄ com aumento de 2000x

..... 47

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO	16
2 - OBJETIVO	18
3 - REVISÃO DE LITERATURA	19
3.1 - TITÂNIO	19
3.1.1 - HISTÓRICO	19
3.1.2 - PROPRIEDADES DO TITÂNIO	20
3.1.3 - BIOATIVIDADE DO TI	26
3.2 - MATERIAIS UTILIZADOS NAS PLACAS	27
3.3 - TRATAMENTO SUPERFICIAIS NAS PLACAS	28
3.4 - TRATAMENTOS SUPERFICIAIS NO TI	28
3.5 - LUXAÇÃO DA ARTICULAÇÃO TEMPOROMANDIBULAR	32
3.6 - OSSEOINTEGRAÇÃO	34
4.0 - MATERIAIS E METODOS	38
4.1 - PLACA	38
4.2 - CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	39
4.2.1 - DIFRATOMETEIA DE RAIOS X	39
4.2.2 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	40
4.3 - TRATAMENTO SUPERFICIAL COM MISTURA DE ÁCIDOS.....	41
4.4 - CULTURA DE CÉLULAS	41
5. - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	44
5.1 - DRX.....	44
5.2 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	45
5.2.1 - COMPARAÇÃO ENTRE AS PLACAS NÃO ATACADAS E ATACADAS COM MISTURA DE ÁCIDOS AUMENTO DE 500 X	45
5.2.2 - COMPARAÇÃO ENTRE AS PLACAS NÃO ATACADAS E ATACADAS COM MISTURA DE ÁCIDOS AUMENTO DE 1000 X	46
5.2.3 - COMPARAÇÃO ENTRE AS PLACAS NÃO ATACADAS E ATACADAS COM MISTURA DE ÁCIDOS AUMENTO DE 2000 X	47
6 Cultura de células.....	48

7. Conclusão.....	49
BIBLIOGRAFIA	50

Estudo da adesão celular em placas de Ti comercialmente puro após o tratamento de mistura de ácidos

1. INTRODUÇÃO

Luxação da articulação temporomandibular (ATM) ocorre quando o côndilo mandibular move-se para fora da cavidade glenoide e permanece travado anteriormente à eminência articular, sendo sua ocorrência repetitiva, no caso de ser recidivante, geralmente associada à hiper mobilidade mandibular e à inclinação da eminência articular.¹

São realizados diferentes tipos de tratamento efetivo para luxação recidivante da ATM, destacando-se a eminectomia e colocação de anteparo à eminência articular.¹

Um tratamento muito usado é a colocação de miniplacas de Ti comercialmente puro (cp) em “L” com o intuito de evitar a hiper mobilidade da ATM, tendo a vantagem de ser um método reversível e menos invasivo, mas a desvantagem de poder ocorrer a fratura da miniplaca utilizada, o que leva à necessidade de um segundo tempo cirúrgico para remoção do dispositivo e realização de um novo tratamento a ser escolhido ^{2,3}.

O uso de placas e parafusos surge como a melhor alternativa no tratamento com a fixação interna rígida (FIR), pois fornece estabilidade à estrutura óssea, estimulando uma osteogênese associada à função, com reparo primário e ausência de calo ósseo, sendo possível obter a recuperação completa e o retorno da função imediata do membro. As vantagens do seu uso incluem uma menor morbidade do ato cirúrgico por não ser necessário bloqueio maxilo-mandibular, oferecendo melhor conforto e segurança pós-operatória ao paciente⁴.

O titânio é o material que apresenta uma melhor combinação de propriedades para cirurgias, dentre os biomateriais metálicos. Além do titânio, este grupo é composto do nióbio, tântalo e suas ligas, seguidos pelas ligas de cobalto.⁵

O titânio cp é muito utilizado em aplicações cirúrgicas maxilofaciais, sendo usados como miniplacas e parafusos, devido as suas excelentes propriedades tais como, biocompatibilidade, baixa densidade, resistência à corrosão, resistência mecânica, resistência à fadiga e, além disso, apresenta um baixo módulo de elasticidade quando comparado aos outros biomateriais metálicos.^{2, 3} Devido a isto se tem a tendência de se considerar o titânio como sendo ideal para implantes dentários, por ser um metal reativo, devido à formação espontânea de uma camada fina e protetora de óxido na superfície do metal à temperatura ambiente, além de ser inerte nos tecidos, e de ter boas propriedades mecânicas, dentre outras características. As propriedades do óxido formado nas superfícies dos implantes têm um papel importante durante o processo de osseointegração. O titânio e suas ligas por terem excelentes propriedades, citadas anteriormente, vêm despertando muito a atenção dos pesquisadores para o seu uso em implantes.^{6, 7}

Castro, 2016, desenvolveu uma miniplaca de Ti em “L” para aplicação em cirurgia maxilofacial no intuito de obter um produto mais resistente, diminuindo assim a chance de fratura deste dispositivo e evitando também a obrigatoriedade de um tratamento mais radical como a eminectomia.

2. OBJETIVO

O trabalho em questão tem por objetivo estudar a adesão celular em placas de Ti comercialmente puro após o método de tratamento químico com mistura de ácidos, em concentrações diferentes, com posterior análise através de microscopia eletrônica de varredura e cultura de células.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Titânio

3.1.1 Histórico

Wilhelm Gregor, um mineralogista amador, em 1791 fez primeiro relato da descoberta do elemento titânio. Devido principalmente à dificuldade do processo de extração do titânio dos minerais, somente após mais de 150 anos o titânio começou a se tornar um metal disponível para utilização industrial.²⁰

A partir das décadas de 1930 e 1940 é que foi possível se realizar o processamento comercial do metal. Como este apresenta apenas 60% do peso do aço e excelentes propriedades mecânicas como resistência à corrosão e às variações de temperatura, além de permitir sua manufatura nas mais diversas formas requeridas, o metal puro e suas ligas vêm sendo utilizados tanto nas indústrias aeroespacial e química, assim como para a confecção de implantes cirúrgicos.¹⁵

Na medicina, a descoberta do titânio se deu em 1940 com o início dos primeiros estudos com implantes em animais de laboratórios, onde obtiveram resultados positivos. Trabalhos posteriores mostraram que o material apresentava biocompatibilidade e alta resistência à corrosão, quando em contato com fluidos corpóreos.¹⁶

A Odontologia começou a usar esse material em torno da década de 60 com o sistema de Branemark. Branemark em 1977 introduziu o conceito de osseointegração como sendo a ligação direta, estrutural e funcional entre osso ordenado e vivo e a superfície de um implante sujeito a cargas funcionais.^{17,18} Estudos feitos pela equipe liderada por Branemark documentou uma taxa de sucesso de 91% dos implantes de titânio realizados na mandíbula e 81% na maxila. O titânio mais tarde foi se tornando um elemento de escolha na fabricação de implantes aloplásticos substitutos a dentes ausentes, haja vista sua excelente biocompatibilidade em tecidos moles e duros. Esta biocompatibilidade deve-se a formação de uma camada passivadora à base de óxido de titânio, inerte ao ataque

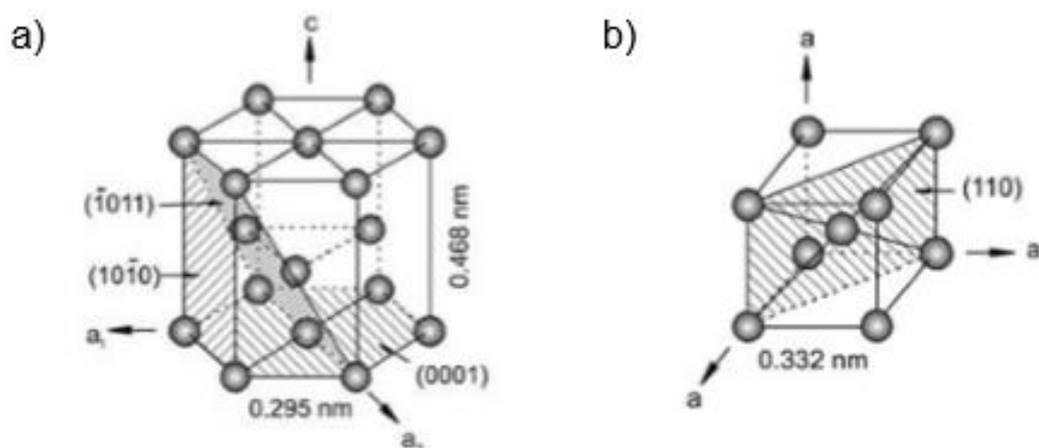
eletroquímico, bem aderida ao metal de origem e que permite o íntimo contato de biomoléculas.¹⁹

Novas tecnologias revelaram um lugar fixo para o titânio tanto nas próteses sobre implantes como na terapia protética de pacientes com intolerância a certos metais e/ou alergias diversas. O titânio comercialmente puro (Ti cp) é amplamente utilizado em implantes dentários, revestimentos de superfícies, em coroas totais, estruturas para próteses fixas ou removíveis parciais e totais, fios ortodônticos e limas endodônticas. Várias ligas de titânio também são usadas, dentre elas, Ti-6Al-4V é mais usada devido a sua resistência e alta performance.¹⁹

3.1.2 Propriedades do Titânio

O titânio é um metal de transição, de número atômico 22 e massa atômica aproximadamente 48 u.m.a , que possui temperatura de fusão em torno de 1668°C, densidade 4,51 g/cm³, com estrutura cristalina hexagonal compacta, também chamada de fase α (abaixo de 882,5°) e cúbica de corpo centrado, também chamada de fase β (acima de 882,5°), como mostra a figura 1.

Figura 1: Formas cristalográficas do titânio: hexagonal compacta (a) e cúbica de corpo centrado (b)



Fonte: KONATU (2011)

É um metal de grande prevalência na terra, o quarto na escala, só perdendo para o alumínio, ferro e magnésio, tendo uma concentração na crosta terrestre em torno de 0,6%.²¹ A tabela 1 apresenta algumas características do titânio.

Tabela 1 Características do Ti.

Informações gerais	
Nome, símbolo, número	Titânio, Ti, 22
Série química	metais de transição
Densidade, dureza	4507 kg/m ³ , 6
Propriedades atômicas	
Massa atômica	47,867(1) u
Raio atômico (calculado)	140 (176) PM
Raio covalente	136 pm
Estado(s) de oxidação	4 (anfótero)
Estrutura cristalina	Hexagonal
Propriedades físicas	
Estado da matéria	Sólido
Ponto de fusão	1941 K
Ponto de ebulição	3560 K
Entalpia de fusão	15,45 kJ/mol
Entalpia de vaporização	421 kJ/mol
Diversos	
Eletronegatividade (Pauling)	1,54
Calor específico	520 J/(kg·K)
Condutividade elétrica	2,34×10 ⁶ S/m
Condutividade térmica	21,9 W/(m·K)

Fonte: KONATU (2011)

A camada eletrônica do titânio é incompleta, possibilitando a formação de ligações químicas com vários outros elementos, o que resulta em ligações, que podem gerar ligas metálicas. Dependendo da relação entre o elétron e o átomo (ou o grupo), o elemento de liga irá definir se ele estabilizará a fase α ou a fase β .²¹

Com as adições de elementos de liga surgem duas temperaturas de transformação, nomeadas: temperatura de transição alfa “alfa-transus” e de beta “beta-transus” em que abaixo das linhas das respectivas temperaturas só estará presente à fase alfa e acima a fase beta. Entre as duas linhas de transição estarão presentes as duas fases, alfa e beta, recebendo o nome de ligas duplex. A tabela 2 apresenta as temperaturas de transição alfa e beta para o Ti c.p. e algumas ligas as quais variam com a quantidade de impurezas presentes.^{22,23}

Tabela 2 - Mostra as temperaturas de transformação das fases alfa e beta para cada grau ASTM de titânio cp

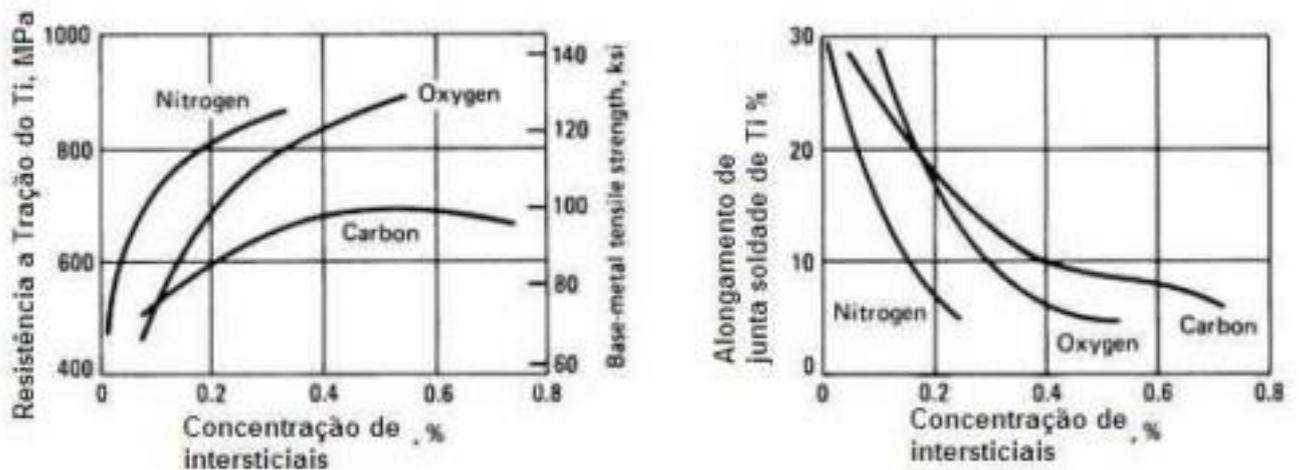
	Temp. beta transus °C	Temp. Alfa transus °C
ASTM grau 1	888	880
ASTM grau 2	913	890
ASTM grau 3	920	900
ASTM grau 4	950	905
ASTM grau 7	913	890
ASTM grau 12	890	-

Fonte: AWS, 1998

A microestrutura do titânio c.p. é tipicamente uma estrutura 100% alfa a temperatura ambiente, porém sua morfologia sofre modificações com tratamentos termomecânicos. Por exemplo, após o recozimento, os grãos têm a forma equiaxial ou acicular. O formato acicular é identificado após transformação de beta para alfa durante o resfriamento rápido na faixa de temperatura de transformação. Havendo variação na taxa de resfriamento há modificação na largura das estrias ou plaquetas da fase alfa, quanto maior a taxa de resfriamento menor é a largura das plaquetas. Após a recristalização forma-se uma morfologia equiaxial. A presença, a temperatura ambiente, da morfologia acicular da fase alfa indica que o metal foi aquecido acima de temperaturas de transformação beta e o formato equiaxial indica que o material foi extensivamente trabalhado (deformações e/ou temperatura) na fase alfa e ocorreu a recristalização do material. Além das impurezas influenciarem nas temperaturas de transformação e nos parâmetros da rede da estrutura cristalina, também exercem importante efeito nas propriedades mecânicas. Os elementos residuais encontrados no titânio c.p. como é o caso do carbono, oxigênio, nitrogênio, silício e o ferro, aumentam a resistência mecânica e diminuem a ductilidade do material.^{6, 24}

Na fig. 2 é mostrado o efeito da concentração de alguns elementos residuais ou impurezas nas propriedades do titânio, como: resistência à tração e a resistência ao dobramento de uma junta soldada. Quando se deseja maior resistência mecânica do material adiciona-se ferro e oxigênio durante seu processamento.²⁵

Figura 2 - Efeito de elementos intersticiais na ductilidade e resistência do titânio puro.



Fonte: AWS, 1998

Quando boa ductilidade e tenacidade são desejados é utilizado o titânio ELI (extra-low intersticial), devido à mínima quantidade de elementos intersticiais ou impurezas. Algumas “ligas” de titânio possuem pequenas quantidades de elementos de liga, como é o caso do ASTM grau 12, em que são adicionados molibdênio e no caso dos graus 7 e 11, em que são adicionados paládio (Pd), mas, mesmo assim, são considerados comercialmente puros (c.p.). Essas pequenas quantidades são adicionadas caso queira-se uma melhora na resistência a corrosão e/ou mecânica.²⁶

Adições de Pd permitem que o material resista à degradação em uma faixa de tempo mais ampla quando submetido a soluções ácidas hidrocloreídricas, fosfóricas e sulfúricas. Devido ao alto custo do Pd é inviável a utilização de maiores teores deste elemento. Já o grau 12, com a adição de molibdênio confere uma elevada resistência mecânica e é particularmente resistente à corrosão galvânica em salmouras com temperaturas elevadas. Resistência à tração e à fadiga do titânio c.p. não são altas quando comparadas às ligas de titânio e aos aços. No caso da tenacidade à fratura, é comparável a aços de baixa liga temperados e revenidos. O grau 2 pode sofrer aumento na tenacidade à fratura em baixas temperaturas

mediante controle da quantidade de impurezas intersticiais e de constituintes refratários frágeis existentes. O titânio entre 200 a 315 °C possui resistência à fluência, e ao ultrapassar 315 °C a resistência à fluência torna-se um importante critério de seleção de projeto.^{6,27}

Quando se encontra no estado sólido tem aparência do aço. Quando puro, apresenta considerável ductibilidade mesmo a frio, do contrário, é quebradiço a frio. Possui cor preta e cinza quando em pó.

O titânio é um elemento estável do ponto de vista corrosivo, antialérgico, biocompatível, transparente ao raio-X, com baixa condutividade térmica e peso reduzido.

Por ser um metal muito reativo, é de difícil obtenção, na forma pura, a partir do minério rutilo. Então Wilhelm Kroll desenvolveu o processo de refino, sendo assim considerado o Pai da indústria do titânio.

O titânio cp apresenta teores de pureza ente 98% a 99,5%. Suas propriedades físicas variam de acordo com a quantidade de impureza, de elementos residuais ao processo de purificação, tais como: oxigênio, ferro, nitrogênio, carbono e hidrogênio. Essa quantidade que determina a classificação dos quatro tipos de titânio comercialmente puros, como mostrado na tabela 3 abaixo.

Tabela 3: Composição química do titânio comercialmente puro

%p Ti	Grau	%p C	%p Fe	%p N	%p O	%p H
99,5	1	0,08	0,20	0,03	0,18	0,015
99,2	2	0,08	0,25	0,03	0,20	0,015
99,1	3	0,08	0,25	0,05	0,30	0,015
99,0	4	0,08	0,50	0,05	0,40	0,015

Fonte: KONATU (2011)

O titânio CP de Grau 1 apresenta menores valores de elementos residuais, conferindo a ele ductibilidade e conformabilidade a frio, porém menor resistência mecânica. O Ti de grau 2 apresenta boa ductibilidade e resistência mecânica,

podendo trabalhar a frio. Sua resistência mecânica se aproxima a do aço inoxidável, tornando-o mais empregado na indústria. No Ti de grau 3 a ductilidade é afetada pela prensa de resíduos, porém isso eleva levemente sua resistência mecânica. O Ti de grau 4 é o mais utilizado na indústria aero espacial e médica, que apresenta melhor resistência mecânica. Dentre os citados, o Ti de grau 3 e 4 são os mais empregados na fabricação de implantes dentários.^{20,21}

A excelente resistência à corrosão e a combinação de uma baixa densidade associada à alta resistência mecânica são as principais razões de o titânio ser tão utilizado pelo mercado. A resistência mecânica, em alguns graus de titânio comercial, varia entre 480 MPa e 1180 MPa em casos de ligas de uso estrutural, chegando até superar valores 1725 MPa em outras formas especiais, como fios e molas. Algumas ligas de titânio que apresentam baixo teor de elementos intersticiais são usadas em aplicações criogênicas. Isto ocorre, por não apresentarem transição dúctil-frágil. No intuito de exemplificar a importância deste metal na tabela 4 são apresentadas algumas propriedades do titânio comparadas com o alumínio e o aço, os quais são metais largamente utilizados pela indústria.^{28,29}

Tabela 4 - Comparação entre o titânio, alumínio e aço entre algumas propriedades.

	Titânio	Alumínio	Aço
Densidade (g/cm³)	4,54	2,70	7,87
E (10⁶ MPa)	0,11	0,06	0,2
T_{fusão} (°C)	1668	660	1536
Estrutura cristalina a T_{amb.}	HC	CFC	CCC

Fonte: AWS, 1998

A utilização do titânio comercialmente puro atualmente para a fabricação de implantes de reconstrução se dá pelo fato de ser um material altamente biocompatível com os tecidos vivos dos mamíferos. Ele possui a capacidade de induzir a neoformação óssea perfeitamente integrada ao osso sem que exista, por menor que seja, qualquer camada de tecido fibroso entre eles.³⁰

O Ti c.p. é usado em aplicações que necessitem de resistência a corrosão e em casos que deseja alta ductilidade. Na sua superfície é formado um filme óxido de 4 – 6 nm de espessura, com composição predominante de TiO₂ com menores quantidades de Ti₂O₃ e TiO. Esse filme é extremamente estável e confere ao material resistência a determinados ácidos aos quais outros metais e ligas não

possuem. Isto ocorre devido ao titânio possuir uma elevada afinidade pelo oxigênio, reagindo com o mesmo, e formando um óxido protetor na superfície com excelente estabilidade e aderência. Porém, se estiver em condições anídricas e em um ambiente com ausência de oxigênio pode resultar em uma corrosão galvânica, o filme danificado poderá não se reestruturar devido à falta de oxigênio formando regiões com ranhuras ou fissuras que terão diferença de concentração, possibilitando assim, a ocorrência deste tipo de corrosão. O titânio e suas ligas quando atacados por soluções contendo cloretos, brometos, iodetos, fluoretos ou sulfatos em temperaturas acima de 70°C, estão sujeitas a um ataque localizado por corrosão galvânica. Um estudo de caracterização da superfície de titânio cp, Ti-6Al-7Nb e Ti-6Al-4V com diferentes pré-tratamentos, observaram que a composição da camada formada na superfície e sua estabilidade dependem dos pré-tratamentos mecânicos e químicos dados à superfície do metal.^{31,32}

3.1.3 Bioatividade do Ti

O titânio possui predominância na fabricação dos implantes dentários, dentre os materiais usados, e os resultados obtidos comprovam eficácia referente à sua biocompatibilidade. Reúne características como energia de superfície adequada para a osseointegração, biocompatibilidade, boa resistência mecânica e especificidades da camada de óxido da superfície.

A camada de óxido formada pode sofrer degradação quando exposta as condições adversas na cavidade bucal como, mudança de pH, presença de flúor, alterações térmicas, químicas e mecânicas, presença de biofilme e saliva, resultando na liberação de íons tanto para o meio externo quanto para o interno, como ocorre nos casos de corrosão da superfície do implante, o que culmina com alterações na superfície dos implantes.

Os diferentes graus de pureza do Ti alteram a maleabilidade ou dureza do mesmo, sendo mais utilizado na odontologia na forma de titânio puro. A criação de uma interface entre a superfície do implante (titânio) e o tecido ósseo envolve uma integração entre os constituintes moleculares do sistema biológico e os átomos superficiais do biomaterial, e dependendo de seus desempenhos, a resposta final pode ser funcional ou não funcional. Com a resposta do tecido frente a uma

superfície, estão envolvidos os processos de inflamação, cicatrização e adesão celular, além das características ósseas, a presença da água, íons, macromoléculas e células.

A dependência do sucesso do implante não está apenas nas propriedades químicas da superfície do implante e da energia livre de superfície, mas também de sua rugosidade, logo são observados a alteração na rugosidade da superfície dos implantes dentários e em seguida, o processo de corrosão, quando a superfície dos implantes dentários entra em contato com o ambiente eletrolítico, presente na cavidade bucal. Por esse motivo, estudos são realizados sobre as inúmeras características da superfície do titânio que promovem a interação entre o tecido e o implante para analisar a estabilidade e resistência à corrosão dos implantes osseointegráveis.^{14,33}

3.2 Materiais utilizados nas placas

A necessidade de encontrar materiais que apresentam propriedades de melhor biocompatibilidade com o organismo humano tem motivado vários estudos na área de novos materiais.¹³

Implantes de diferentes materiais, tais como polímeros, cerâmicos, metais, materiais compósitos e materiais naturais são utilizados. Os implantes bastante usados como endopróteses são os metálicos, por suas propriedades mecânicas e característica de material bioinerte. Porém, eles precisam ser integrados no organismo humano, tornando fixo e estável para ser envolvido pelo tecido ósseo e resistir o ambiente corrosivo em que está inserido. Sendo assim uma meta importante é o implante ter uma recuperação de fraturas ósseas, com isso o dispositivo implantado será, geralmente, submetido a esforços consideráveis. Isto leva ao uso de materiais com características mecânicas e químicas semelhantes às existentes no organismo.¹³

3.3 Tratamentos superficiais nas placas

Com os diferentes tipos de tratamentos tornou-se possível a obtenção de várias formas de caracterização da superfície facilitando a compreensão dos padrões de formação óssea, comportamento das células e até mesmo prever o tipo cicatricial que pode ser obtido a partir da conformação dos tecidos adjacentes às superfícies dos implantes. A formação de tecido ósseo na superfície do implante necessita da existência do recrutamento e da proliferação de células precursoras de osteoblastos, se diferenciando em osteoblastos, e produzam matriz extracelular não mineralizada, que será subseqüentemente calcificada. Tais eventos sofrem grande influência das propriedades da superfície dos implantes de Ti, tais como, a composição química, e a textura da superfície (combinação entre topografia e rugosidade).^{10,14}

Em superfícies de implantes tratadas com plasma de titânio (TPS), jateadas com areia e tratadas com ácido (SLA) os resultados demonstraram que tanto a rugosidade como o tratamento químico das superfícies pode influenciar bastante a força superficial de cisalhamento (resistência oferecida à remoção). Estas características da superfície do titânio, além de otimizar o procedimento, podem ainda, por exemplo, permitir a colocação dos implantes em função mais precocemente e ampliar a gama de aplicações possíveis para osso alveolar de densidade inferior ou favorecer sua aplicação em osso regenerado.¹⁰

3.4 Tratamentos superficiais no Ti

Tratamentos de superfície são realizados no intuito de manter propriedades desejáveis dos materiais especialmente na indústria de implantes dentários. Técnicas de modificação apropriadas podem aumentar consideravelmente a área de superfície, podendo ser classificadas como tratamento mecânico, químico ou físico. No implante dentário, o tratamento superficial é usado para modificar a topografia e energia superficiais, resultando em um aumento da proliferação celular e crescimento no processo de osseointegração. A qualidade do implante dentário depende das propriedades da superfície. Para uma boa interação entre tecido e osseointegração, é de suma importância o papel da biocompatibilidade dos materiais e rugosidade da superfície.³⁴

O sucesso de um implante depende principalmente da compatibilidade do material. Titânio e suas ligas são bem aceitos pelos tecidos vivos e capazes de promover a osteointegração.³⁴

O titânio é um material muito utilizado em implantes dentários por suas propriedades atenderem aos requisitos importantes, tais como, boa biocompatibilidade, excelente resistência à corrosão, baixo módulo de elasticidade, baixa condutibilidade térmica, além de suas modificações na superfície dos implantes melhorarem a adesão e fixação célula-implante, proliferação celular e osseointegração, e assim cicatrização mais rápida e duração mais curta do tratamento.^{34,35}

A realização de tratamentos superficiais no titânio pode modificar as propriedades de molhabilidade (energia de superfície ou hidrofiliabilidade) e conseqüentemente o desempenho biológico sobre este, além de modificar a topografia da superfície.³⁶

O grau de rugosidade e a orientação das irregularidades da superfície caracterizam a topografia da superfície dos implantes. Os originais de Branemark eram usinados com uma mínima rugosidade na superfície, entre 0,5 μm e 1,0 μm . Por muito tempo, este implante foi reconhecido como o padrão ouro, baseado em muitos estudos clínicos longitudinais. Entretanto, no início dos anos de 1990, muitos estudos experimentais apontavam na mesma direção, indicando que implantes com rugosidades em torno de 1,5 μm apresentavam uma melhor resposta do tecido ósseo quando comparados a implantes usinados (superfície com rugosidades < 1,0 μm) ou a implantes com superfície "plasma spray" (superfície com rugosidades > 2,0 μm). As características químicas das superfícies estão ligadas a alta energia de superfície, a qual apresenta melhor molhabilidade e maior afinidade de adsorção, o que implica se a superfície é hidrofílica ou hidrofóbica, significando que implantes com alta energia de superfície devem, teoricamente, apresentar uma osseointegração mais forte do que implantes com baixa energia de superfície, devido à melhor adsorção das proteínas.^{12,38} Por ser um dos primeiros componentes sanguíneos a entrarem em contato com o implante, a adsorção do soro protéico é muito importante. O padrão de adsorção define o tipo de célula aderente no implante, bem como o tipo de tecido que desenvolve subsequentemente. Uma

superfície mais rugosa aumenta a área da superfície e melhora o potencial de ancoramento mecânico do osso à superfície do implante.³⁶

Os tratamentos de superfícies do implante podem ser feitos por métodos de adição ou por subtração. Os métodos aditivos são os quais outros materiais são adicionados à superfície, superior ou integrada, como revestimento e impregnação, respectivamente. A impregnação implica no agente químico totalmente integrado no núcleo de titânio, tal como cristais de fosfato de cálcio dentro da camada de TiO_2 ou incorporado de íons fluoreto à superfície, enquanto que no revestimento é adicionado material de várias espessuras superficialmente sobre a superfície do material. As técnicas de revestimento podem incluir pulverização de plasma de titânio (TPS), revestimento de plasma spray e hidroxiapatita (HA), revestimento de alumina e revestimento de fosfato de cálcio biomimético (CaP). Enquanto isso, as técnicas de subtração são o procedimento para remover a camada de material do núcleo ou deformar a área superficial e assim torná-la áspera ao material do núcleo. As técnicas de subtração comuns são de grão de areias grandes ou partículas de cerâmicas, corrosão ácida e anodização. A remoção do material superficial por métodos mecânicos envolve moldagem e remoção, moagem, usinagem ou jateamento por força física. Um tratamento químico, utilizando ácidos ou usando uma solução alcalina de ligas de titânio, é normalmente realizado não apenas para alterar a rugosidade da superfície, mas também para modificar a composição e para induzir a molhabilidade ou a energia da área superficial. No que se refere ao tratamento físico tal como pulverização de plasma ou pulverização térmica, é frequentemente efetuado na superfície de revestimento externa para melhorar a estética do material e o seu desempenho. Além disso, também são utilizadas a implantação iônica, o tratamento com laser e a pulverização catódica, a corrosão alcalina / ácida e a deposição iônica.^{34, 37}

A técnica de pulverização de plasma geralmente envolve camada espessa de deposições, tais como hidroxiapatita (HA) e titânio (Ti). O processo de revestimento inclui a pulverização de materiais fundidos termicamente nos substratos de implante. Uma combinação de revestimento de HA no substrato de ligas de Ti tem recebido muitas atenções devido às suas propriedades atrativas tais como boa biocompatibilidade e propriedades mecânicas. O pulverizador de plasma aumenta

substancialmente a área de superfície dos implantes aumentando a sua rugosidade de superfície.³⁴

Superfícies macrotextrizadas podem ser produzidas pelo spray de plasma de titânio, spray de plasma hidroxiapatita, modificada por feixe de laser, entre outros. O spray de plasma de titânio tem sido usado para produzir superfícies rugosas. Este método consiste em injetar pó de titânio em pistola de plasma a uma temperatura alta. As partículas são projetadas na superfície dos implantes onde se fundem e se condensam formando um filme de mais ou menos 30 μm de espessura. A rugosidade encontrada nos implantes revestidos com uma camada de spray de plasma de titânio é superior a 2 μm .¹¹

Outra forma para tornar a superfície rugosa é o jateamento de grãos, através da projeção de partículas pressurizadas utilizando materiais cerâmicos ou sílica sobre a superfície do implante. Materiais tais como areia, hidroxiapatita, alumina ou partículas de TiO_2 são usualmente utilizados para os fins. O jateamento de grão é sempre seguido por um ataque ácido para remover as partículas residuais. Assim, o jateamento de grãos também é considerado como um dos meios para incorporar contaminantes de superfície nos substratos.

O tratamento químico consiste na imersão do metal em uma mistura de ácidos concentrados por um determinado tempo à uma temperatura de 100°C , como descrito por Le Guéhennec et al. (2007), resultante numa maior aposição de células osteogênicas, quando se aumenta a rugosidade na superfície do material, aumentando também o contato osso/implante. Um ácido forte como fluorídrico (HF), nítrico (HNO_3) e sulfúrico (H_2SO_4) ou uma combinação destes ácidos é comumente utilizado nesta técnica. Devido à sua capacidade de dissolução, HF tem sido utilizado para atacar materiais cerâmicos restauradores, a fim de aumentar a superfície de ligação entre agentes de cimentação. O significado desta técnica também torna o substrato com rugosidade homogênea independentemente dos tamanhos e formas. A rugosidade do titânio é um dos fatores que ajuda na determinação da estabilidade da formação óssea e da reabsorção na interface dos implantes ósseos. Uma nanotopografia que permite o crescimento ósseo através de ataque ácido em um implante pode melhorar a aspereza. Estudo prévio relatou que a taxa de ataque químico depende do tipo e concentração do ácido utilizado. As

amostras de titânio atacadas com H_2SO_4 com diferentes concentrações demonstraram um aumento na rugosidade da superfície. Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 , tem sido comprovado como uma solução eficaz para rugosidade de superfícies em aplicações biológicas.^{22, 34, 38}

Semelhante ao ataque ácido, a mistura de ácidos também é capaz de tratar a superfície via química. A rápida osseointegração pode ser conseguida pela dupla erosão através da superfície micro rugosa. A superfície tratada com jateamento e ataque ácido apresenta uma grande osteocondutividade quando comparada com a superfície não tratada, verificando uma maior deposição no osso na superfície de titânio.^{9, 34}

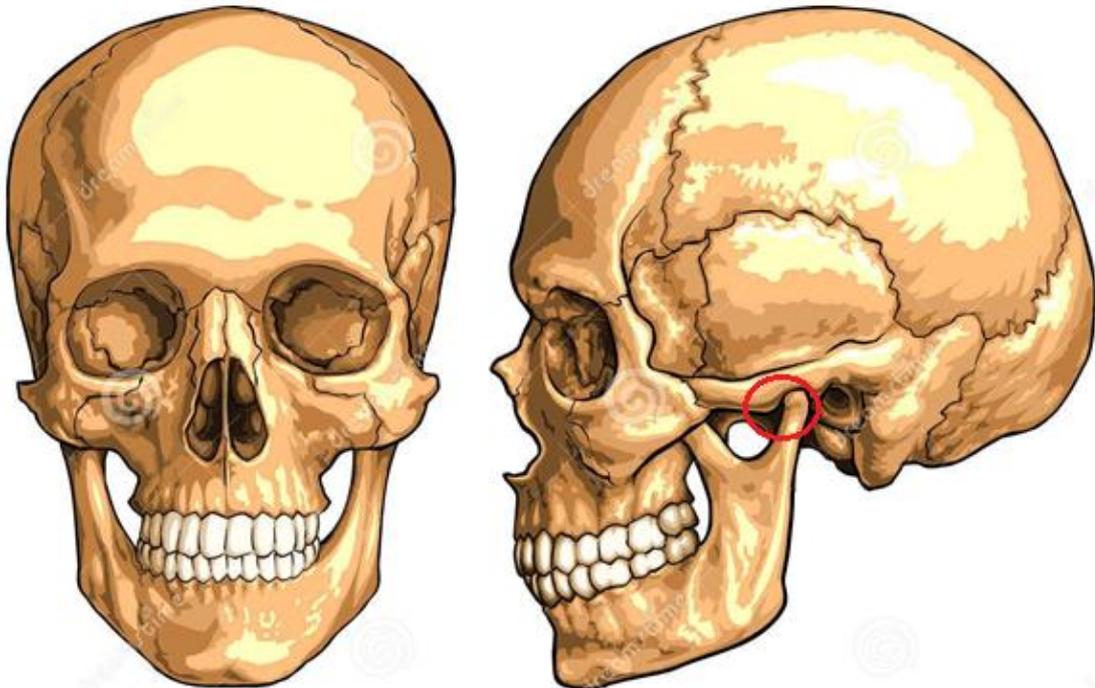
Implantação iônica, tratamento a laser, pulverização catódica, e outras combinações de várias técnicas mencionadas são também utilizadas no tratamento superficial do titânio.³⁴

3.5 Luxação da articulação temporomandibular

Pacientes com disfunção temporomandibular costumam apresentar sinais e sintomas, como dores musculares e articulares, dores de cabeça, estalidos nas articulações temporomandibulares (ATM) e dificuldade de realizar os movimentos mandibulares por limitação da função.⁸

A ATM foi definida também como a região onde ocorre a união da mandíbula com o osso temporal (crânio) e acredita que esta é a articulação mais complexa do corpo humano, permitindo movimentos de rotação (dobradiça em um só plano) e de translação (deslizamentos), como observado na figura 3 abaixo.⁴⁰

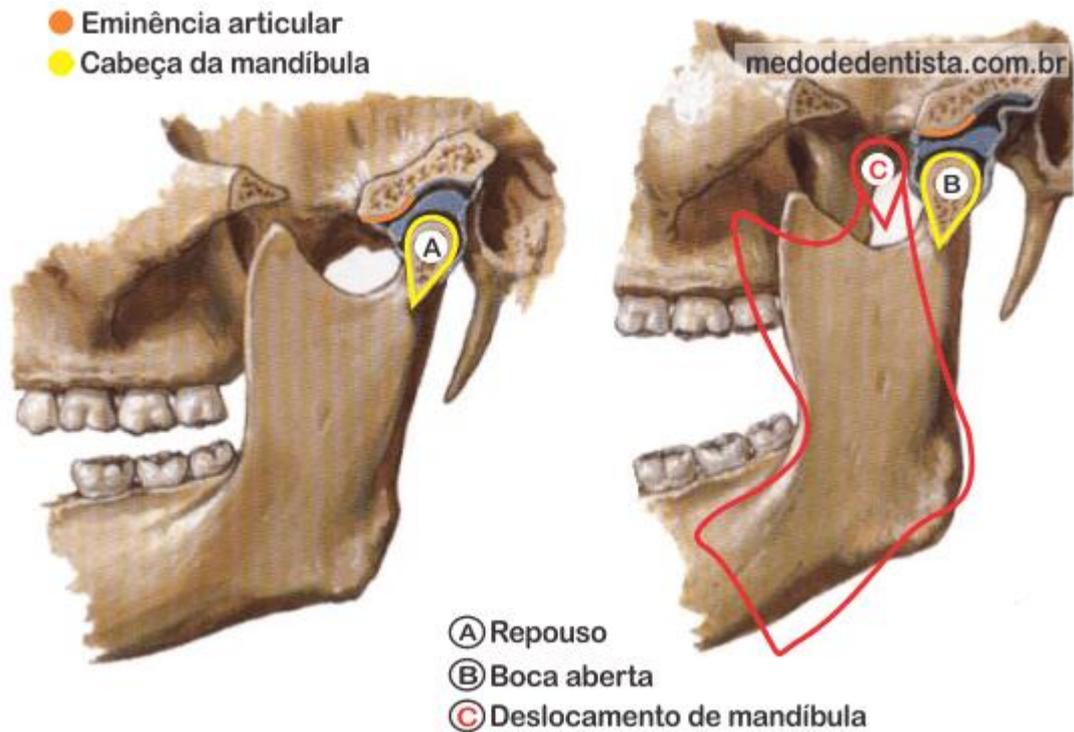
Figura 3 - Imagem do crânio no perfil frontal e lateral, demonstrando osso mandibular e articulação temporomandibular.



Fonte: <https://pt.dreamstime.com/fotos-de-stock-royalty-free-crnio-humano-image3881378>

No ponto de maior convexidade do côndilo que se encontra com o ponto de maior convexidade da eminência articular obtém-se a translação máxima fisiológica do côndilo mandibular, como indica o círculo na figura acima. Tem-se uma subluxação quando a translação está associada a uma sensação de travamento temporário seguida de redução espontânea, se o músculo pterigóideo lateral continua contraído após máxima abertura bucal, ocorre o travamento do côndilo na posição mais anteriorizada sem redução espontânea, o que caracteriza a luxação (representado na figura abaixo). Caso tenha uma hipertranslação é recorrente e não auto-redutível, necessitando de reposicionamento manual do côndilo na fossa mandibular para conter o espasmo muscular progressivo, esta situação passa a denominar-se luxação recidivante. ³

Figura 4 - Imagem de abertura bucal apresentando esquematicamente a luxação da mandíbula representada na letra C.



Fonte: <http://medodedentista.com.br/2014/09/mandibula-deslocada-o-que-fazer.html>

O método mais utilizado nas cirurgias craniofaciais são as placas metálicas as quais permitem aos cirurgiões aplicar os princípios da fixação rígida. Têm-se afirmações de que a fixação interna rígida do esqueleto maxilofacial é indicada em reconstruções craniofaciais e no tratamento das fraturas de origem traumática. A colocação de miniplaca de titânio na eminência articular visa impedir a hiperexcursão do côndilo e possui a vantagem de ser um método reversível e menos invasivo e a desvantagem de levar a uma diminuição da abertura máxima bucal.³

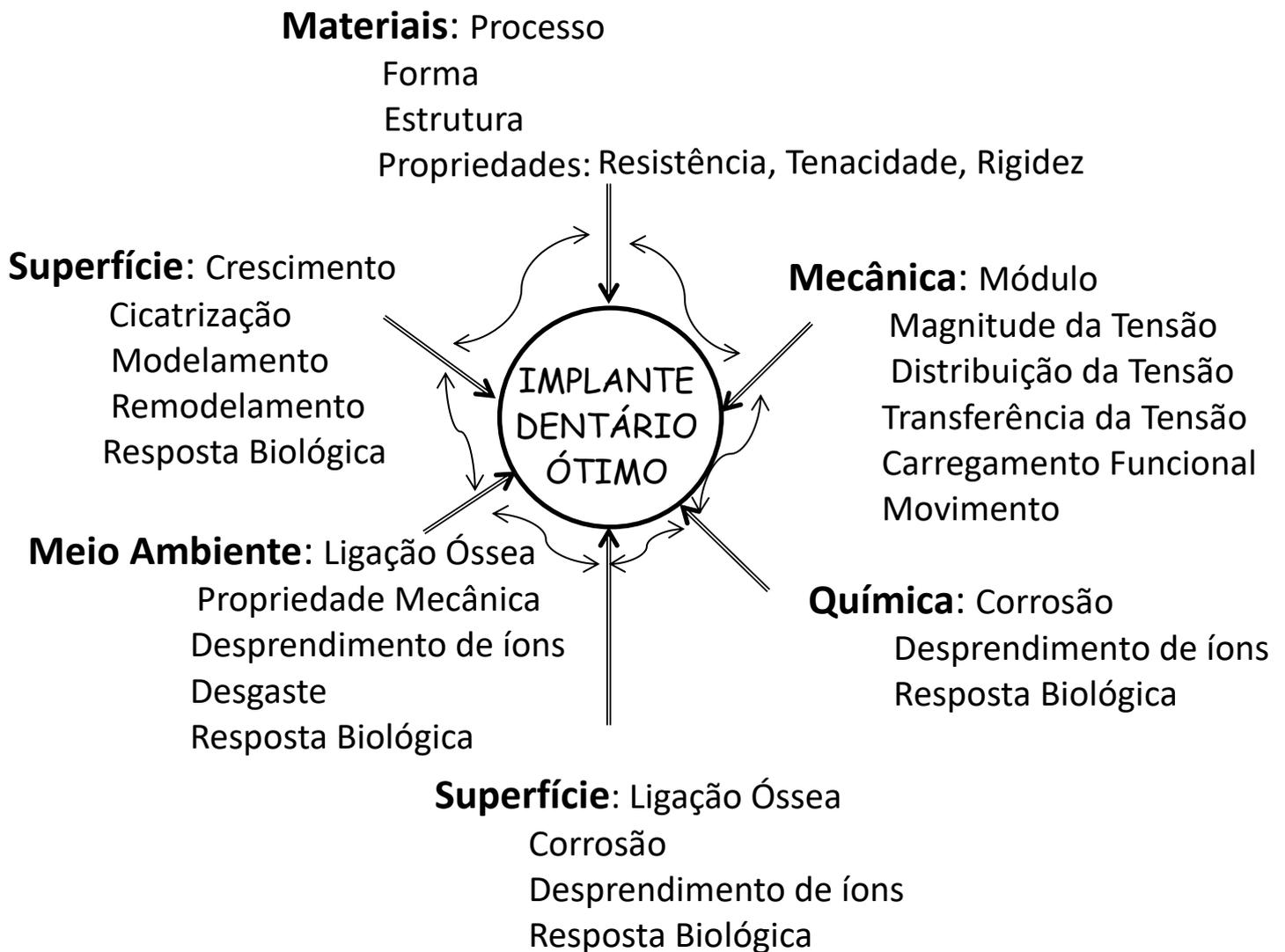
3.6 Osseointegração

A osseointegração é um fator fundamental para o sucesso de implantes dentários, sendo baseado na estabilidade mecânica primária e fixação biológica posterior. A osseointegração é influenciada pelo comportamento biológico do material, do formato, tamanho e superfície do implante, além da técnica e da densidade do osso, devendo-se respeitar o período de cicatrização de quatro meses para a mandíbula e cinco a seis meses para a maxila. Esta resposta biológica está diretamente relacionada às propriedades físico-químicas das superfícies. De acordo

com o conceito de osseointegração de Bränemark (1977), deve haver uma relação direta de contato, estrutural e funcional, entre o tecido ósseo e toda superfície do implante, podendo assim receber uma carga de função. O titânio por apresentar biocompatibilidade é um dos materiais escolhidos na confecção dos implantes.^{9, 10, 11}

Para que haja sucesso em uma reabilitação com implante existe a dependência de diversos fatores, demonstrados na Figura 5, pois o material que será utilizado estará constantemente submetido a esforços mecânicos, térmicos e a agressividade do meio hospedeiro.¹²

Figura 5- Esquema dos fatores que afetam o sucesso do implante dentário

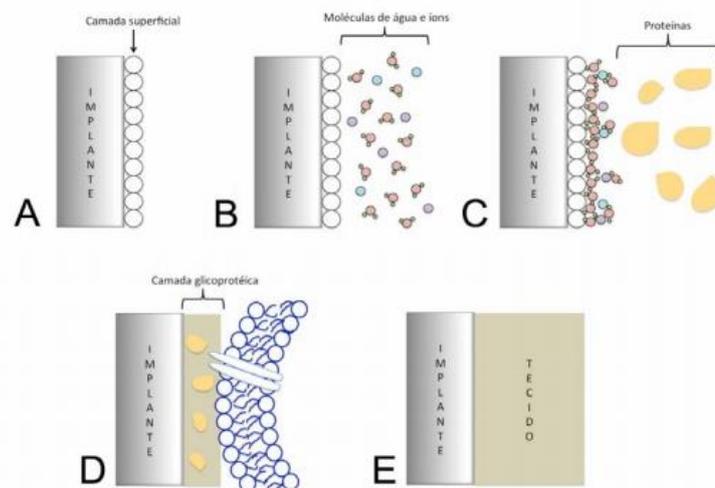


Fonte: ALENCAR, 2002.

Os implantes dentais tem recebido um avanço extraordinário, demonstrando a existência de íntima integração ente o tecido ósseo e a superfície do implante. As superfícies com capacidade osteoindutora, preparadas por um processo que vai além de uma simples limpeza, são comumente chamadas de ativas. Os estudos sugerem que a topografia da superfície melhorada está associada ao aumento da biocompatibilidade e do contato osso-implante, ocasionando um maior intertravamento com o osso, com isso contribuindo para uma obtenção da integração mais rápida e duradoura. Por esse motivo é de suma importância o estudo da obtenção de uma melhor adaptação na superfície de contato entre os implantes e o tecido ósseo.^{9, 10}

Numa cirurgia de colocação de implantes dentários com mínimo trauma, o primeiro contato íntimo entre tecido ósseo e o titânio acontece através dos fluidos teciduais que regulam o processo. Logo após, uma camada de macromoléculas glicoproteica e água se forma na superfície do implante, servindo como base formadora e substrato necessário para a adesão, proliferação, diferenciação e síntese proteica de células de fenótipo osteoblástico, como ilustrado na figura 6.¹¹

Figura 6: Representação esquemática das etapas envolvidas na osseointegração de implantes de Ti. A: Camada de passivação composta por TiO_2 formada sobre a superfície do implante de Ti. B: Moléculas de H_2O e íons Na^+ e Cl^- presentes no sangue, circundando a camada superficial. C: Moléculas de H_2O incorporada à superfície e íons hidratados; aproximação de moléculas de glicoproteínas presentes nos fluidos adjacentes. D: Camada glicoproteica formada interagindo com a membrana celular via receptor. E: Contato direto entre implante de Ti e tecido.



Fonte: Ferraz, 2012

Posteriormente, com a presença de tecido de granulação na região entre a base óssea e o implante, inicia-se um processo de reparação ocorrido em fraturas ósseas, com a deposição de matriz colágena não calcificada e a consequente formação de matriz fibrosa, ou matriz óssea dita primária, ainda sem os níveis de mineralização alcançados pelo tecido ósseo maduro. A esta matriz fibrosa agregam-se gradativamente cálcio, fosfato, sódio, magnésio e vários outros componentes minerais do tecido ósseo de origem sistêmica, em sítios específicos localizados entre as fibras colágenas, sendo estes os responsáveis pela maturação estrutural do tecido. Esta interface formada entre implantes dentários e tecido ósseo tem sido alvo de pesquisa e estudos por diversos autores no intuito de identificar os processos dinâmicos que ocorrem de acordo com o tratamento de superfície que os implantes recebem.¹¹

Suponha-se que os materiais com rugosidades entre as espiras dos implantes, apresentariam um embricamento maior com o tecido ósseo, necessitando de um torque maior ao removê-los, além da presença de uma camada de óxido de titânio nestes com a superfície rugosa que ajudaria no processo de adesão e diferenciação celular.¹¹

As propriedades superficiais mais importantes são topografia, carga superficial e ângulo de contato. Por isso há um empenho grande por parte das empresas em obter uma superfície mais adequada e favorável para a ancoragem e posterior osseointegração dos dispositivos de reabilitação. Neste intuito, vários são os tratamentos de superfície utilizados, tais como: tratamento químico através de ataque ácido ou eletro corrosão, tratamento por jateamento com substâncias como areia, zircônia ou óxido, laser sobre a superfície do implante e anodização.¹¹

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Placa

Foi utilizado como material de partida uma miniplaca de titânio confeccionada através de frezagem na Máquina Romi Discovery d800, com rotação de 3000 rpm com avanço de corte de 200mm/min partir de uma placa de 1,5mm de espessura para confeccionar uma mini placa do sistema 2.0 mm (refere-se ao diâmetro dos furos, relacionando com o perímetro de contato que o parafuso terá com o osso), com 4 furos, em formato de “L” preconizada para o tratamento de luxação recidivante.

A placa possui as seguintes metragens: comprimento maior de 23mm, comprimento menor de 11mm, espessura de 1.5mm, diâmetro do furo de 2mm.

Figura 7 - Placa confeccionada



Fonte: Autor, 2017

4.2 Caracterização Microestrutural

4.2.1 Difractometria de raios X

As amostras, na condição polida, foram analisadas em um difratômetro marca Shimadzu, modelo XRD 6000 (EEL / USP), nas seguintes condições: radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) com monocromador de grafite, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura (2θ) de 30 a 90 graus, passo angular de $0,05^\circ$ e tempo de contagem de 5 s por ponto. As fendas utilizadas serão: divergência: $0,5^\circ$, espalhamento: $0,5^\circ$ e receptora: 0,15 mm.

As fases presentes foram verificadas através de difratogramas simulados no programa de computador PorterCell.

Figura 8 - Difratorômetro de Raio X do UniFOA.



Fonte: Autor, 2017.

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para as análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) as amostras foram preparadas, no laboratório de Caracterização dos materiais (L- 03 A) CIT (Centro Integrado de Tecnologia) da Unifoa, seguindo técnicas metalográficas usuais (embutimento, lixamento e polimento).

As amostras foram embutidas em processo de duração de 25 minutos no total, sendo que utilizada resina baquelite marrom granulada, iniciando com 13 minutos de aquecimento até 180 °C, atingindo uma pressão de trabalho de 100 KgF/cm³, seguindo por 12 minutos de resfriamento até 40 °C. Lixadas utilizando-se lixas de carbetto de silício na seqüência de 180 a 1500. Após o lixamento, as amostras serão polidas com pano para polimento supra e pasta de diamante com 6um por 4 minutos, 3um por 3 minutos e 1 um por 3 minutos. Em seguida as amostras passarão por um ataque químico para revelar a microestrutura, utilizando-se uma solução de mistura de Kroll (6 ml de HNO₃, 3 ml de HF e 100 ml de H₂O). As amostras serão atacadas por imersão, por tempos variados de 10 s.

As imagens foram obtidas em um Microscópio Eletrônico de Varredura TM3000 HITACHI.

Figura 9 - Microscópio eletrônico de varredura TM3000 HITACHI.



Fonte: Autor, 2017

4.3 Tratamento superficial com mistura de ácido

As amostras de titânio grau 2, previamente confeccionadas, foram lixadas com lixas da ordem de granulometria: 400, 600 e 1200 grãos/pol², seguido de lavagem com água. Após a lavagem as amostras foram secas a 40°C em uma estufa por 24 horas.

Posteriormente as amostras foram tratadas com misturas de ácidos clorídrico/sulfúrico num tempo de 30 minutos, em diferentes concentrações, sendo estas 5% / 10%, 10% / 20% e 20% / 30% (v/v) para os respectivos ácidos (HCl / H₂SO₄).

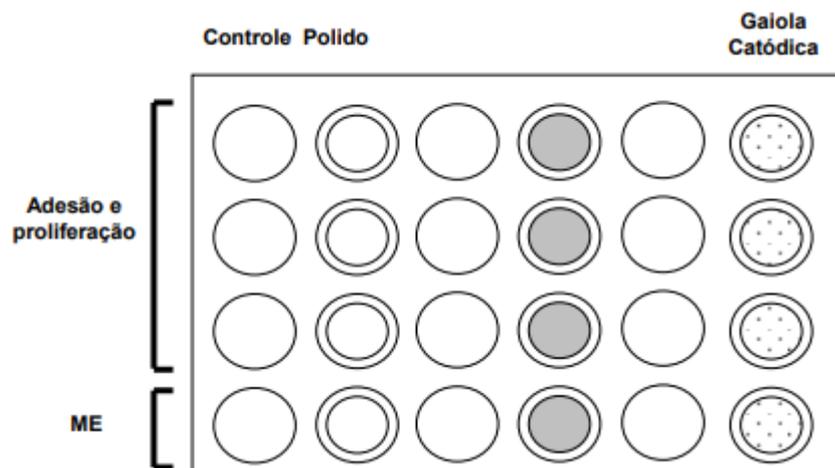
Após o ataque ácido as amostras foram analisadas quanto à rugosidade a partir das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e cultura de células, comparando com uma placa sem tratamento.

4.4 Cultura de células

As propriedades físico-químicas da superfície do titânio irão influenciar a sua resposta celular, pois as células osteoblásticas, por exemplo, respondem diferentemente, para rugosidades diferentes em superfícies de implantes dentais. A interação das células com as superfícies dos biomateriais é de extrema importância na efetividade de implantes médicos, podendo definir o seu grau de rejeição. Assim, modificações de superfície de Ti podem modular as respostas das células junto ao biomaterial.⁴³

A proliferação celular é analisada através de contagem do número de células aderidas às amostras, nos diferentes tempos experimentais dos grupos, em triplicata, como mostra o esquema da figura 10.

Figura 10 – Desenho do experimento com cultura de células de acordo com os grupos



Fonte: SILVA - 2008

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Química da UNESP Araraquara-SP, onde células de Fibroblastos humanos da linhagem GMO7492 foram cultivadas em meio DMEM suplementado com 10% de soro fetal bovino (SFB) em garrafas de cultivo de 50ml a qual permaneceram incubadas em estufa de cultivo celular (37°C e 5%CO₂) Após a atingir a confluência de aproximadamente 80% a células foram desaderidas por meio de incubação com solução de tripsina (3% em PBS 1X). Em seguida o número total de células foi obtido utilizando um contador de células (Counter Cell, BioRad, USA).

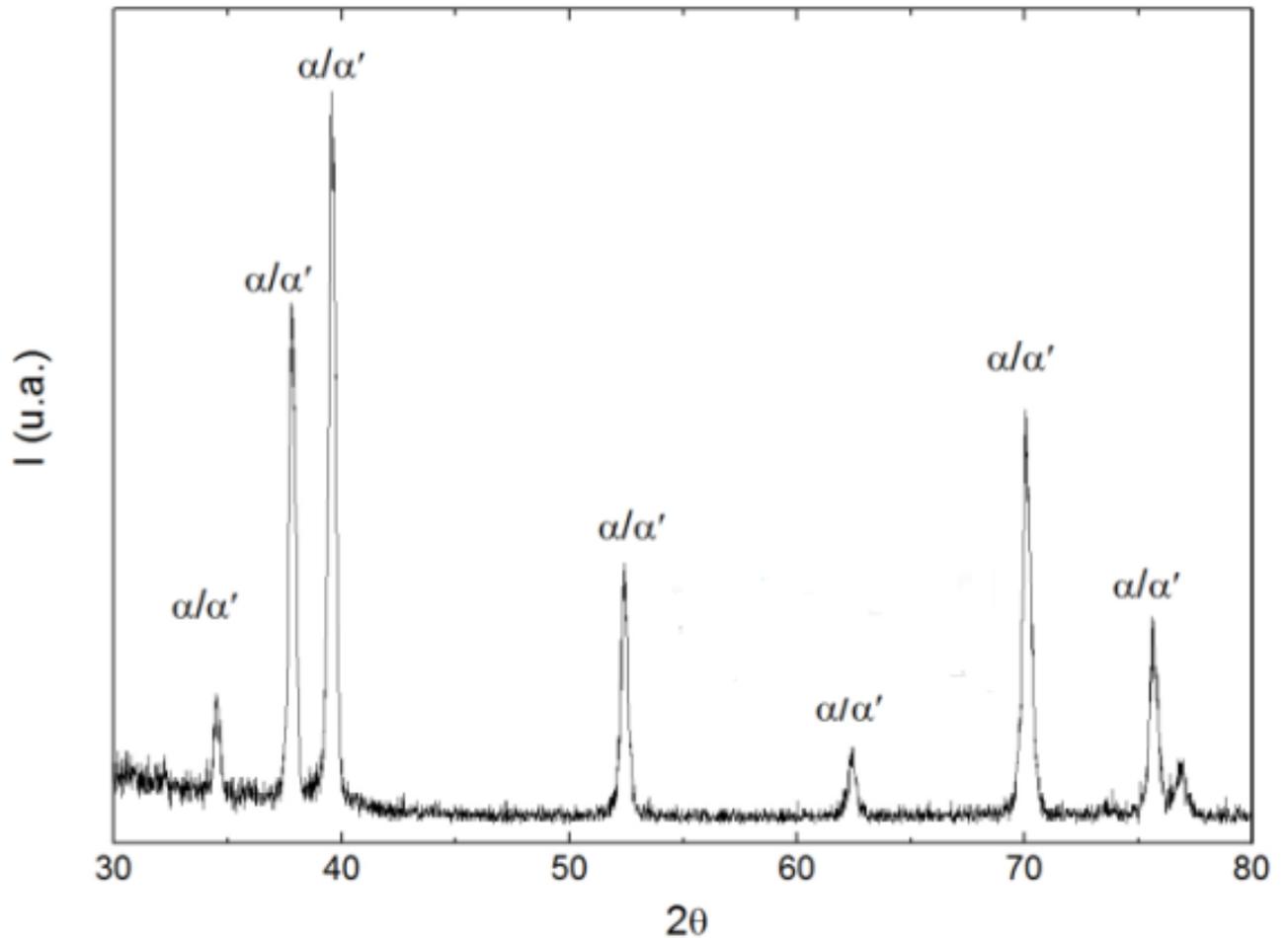
Para verificar a influência da superfície de titânio com os diferentes tratamentos na adesão celular e viabilidade, foi realizado um ensaio de viabilidade e adesão celular por meio do ensaio de fluorescência utilizando o reagente Resazurina (7-hidroxi-3H-fenoxazina-3-ona-10-óxido). Inicialmente as peças de titânio com diferentes tratamentos foram lavadas com solução de álcool 70% e esterilizadas por meio de irradiação UV por 3 horas. Após a esterilização foram semeadas 1×10^5 células por poço em triplicata, em placa de 24 poços. As células foram cultivadas por 24 horas para permitir a adesão. No dia seguinte as peças foram removidas para um novo poço e permaneceram incubadas por 4 horas em de solução estéril de Resazurina 10X. Após a incubação com a Resazurina foi retirado um volume de 200ul (**T0**) do para a leitura da fluorescência (544nm excitações 590nm emissão) em leitor de placa Spectra Max Gemini XS (Molecular Devices). O restante do alamar foi descartado e adicionou-se o meio de cultura novamente. As células permaneceram em cultivo por mais 24 horas, sendo o processo acima repetido para nova leitura da fluorescência (**T24**) A resazurina (7-hidroxi-3H-fenoxazina-3-ona-10-óxido) é oxidada na presença de células viáveis à resofurina, facilitando a verificação da adesão e proliferação. Os valores médios obtidos de cada amostra foram comparados com os valores médios obtidos da solução de Resazurina sem a presença de células, utilizando o método de exclusão de células coradas pela Resazurina.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 DRX

De acordo com os resultados de difratometria de raios X, verificou-se a presença das fases α e α' na amostra confeccionada, possuindo picos semelhantes em posição e intensidade caracterizando-os como materiais semelhantes, como observado na figura 11 abaixo.

Figura 11 - Resultado do DRX da amostra.



Fonte: Autor, 2017.

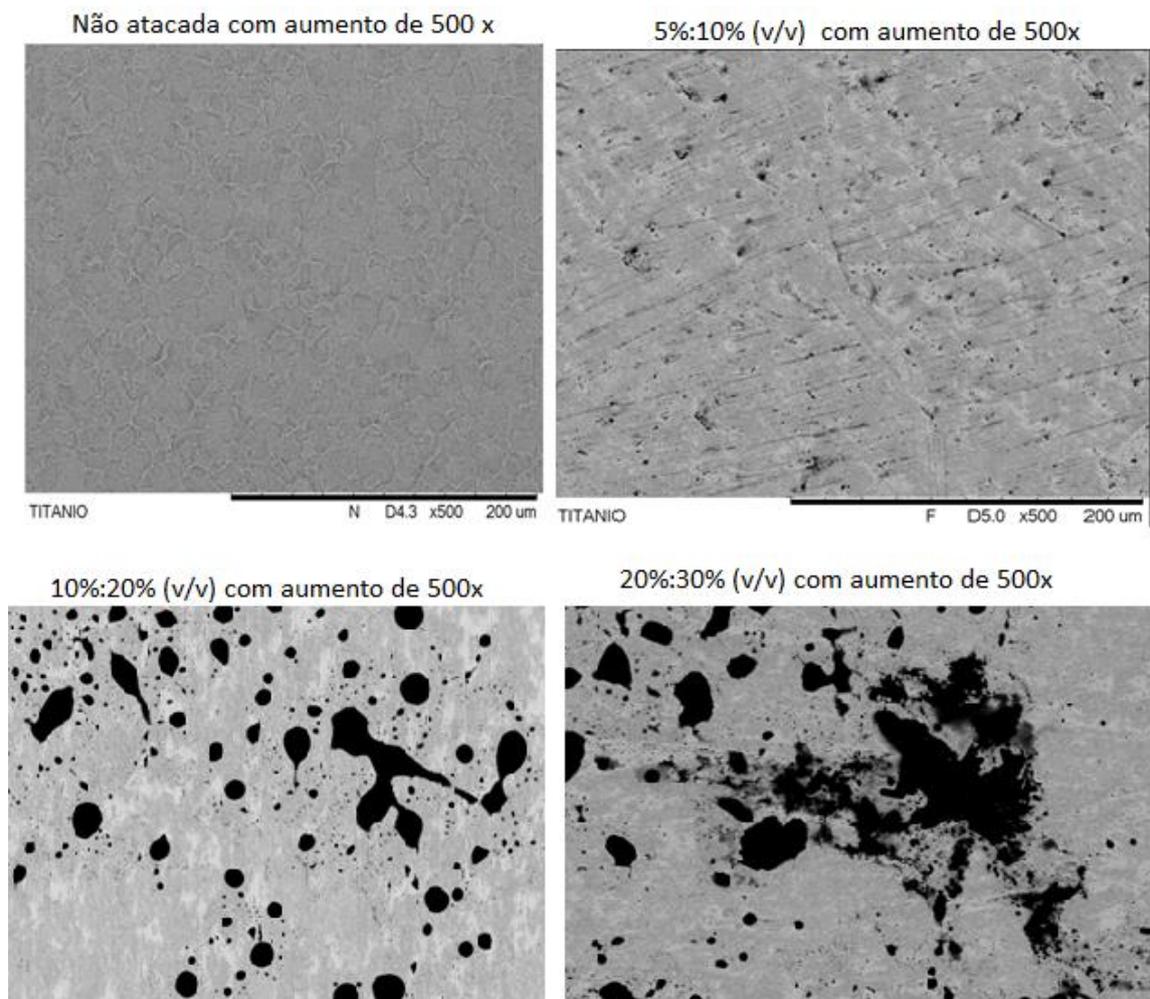
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

5.2.1 Comparação entre as placas não atacadas e atacadas com mistura de ácidos aumento de 500 x.

Na figura 12, observa-se a presença de cavidades na placa do material, mesmo antes de ser atacada com a mistura de ácidos.

Foi observado um aumento do aparecimento de cavidades em todo material à medida que aumentou a concentração da mistura de ácidos, conservando as propriedades físicas do material, por ser o mesmo, como seus grãos equiaxiais, indicando que este está recristalizado.

Figura 12 – Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura das amostras não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl / H₂SO₄ com aumento de 500x.

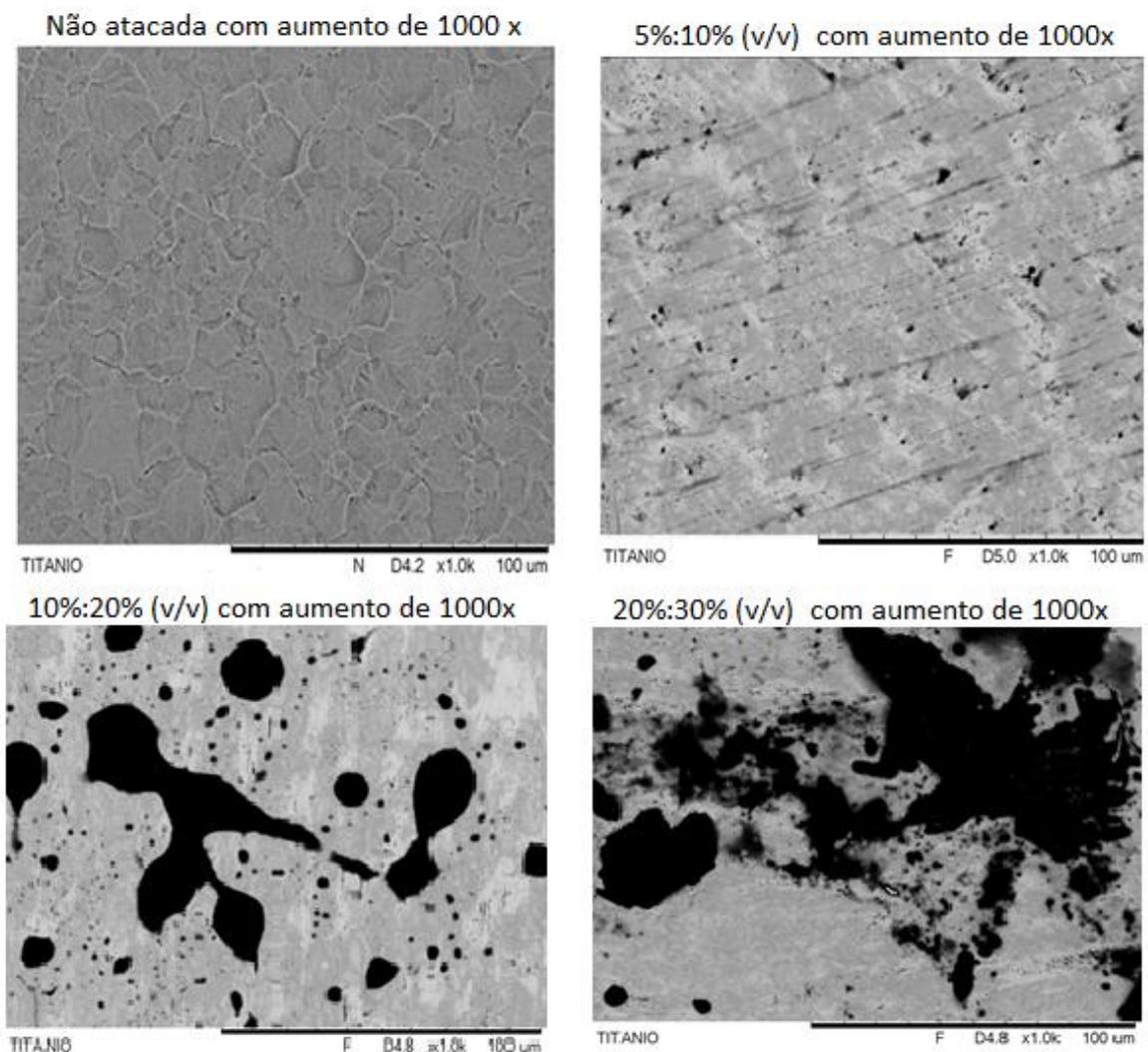


5.2.2 Comparação entre as placas não atacadas e atacadas com mistura de ácidos aumento de 1000 x.

Observa-se, na figura 13, um crescimento das cavidades em todo material em relação à imersão na mistura de ácidos menos concentrada, sendo possível uma melhor visualização na aproximação de 1000x.

A placa apresenta grãos equiaxiais, indicando recristalização, pois se trata da mesma amostra já estudada.

Figura 13 - Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura da amostra não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl / H₂SO₄ com aumento de 1000x



Fonte: Autor, 2017

5.2.3 Comparação entre as placas não atacadas e atacadas com mistura de ácidos aumento de 2000 x.

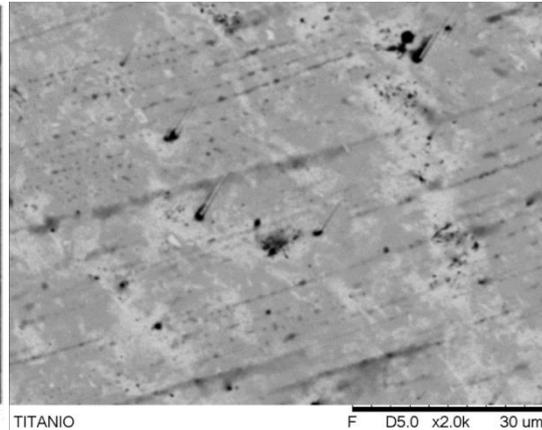
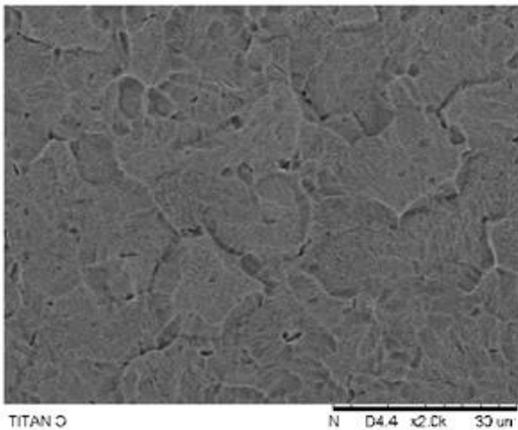
Na concentração de 20% : 30% (v/v) foi possível observar um grande aumento nas cavidades presentes no material comparado à imersão na mistura de ácidos de concentração menor (5% HCl / 10% H₂SO₄) e intermediária (10% HCl / 20% H₂SO₄), como pode ser visto na figura 14.

Por se tratar do mesmo material, esta amostra também apresentou grãos equiaxiais, indicando recristalização.

Figura 14- Micrografia obtida em microscopia eletrônica de varredura da amostra não atacada e atacada com mistura de ácidos HCl / H₂SO₄ – com aumento de 2000x

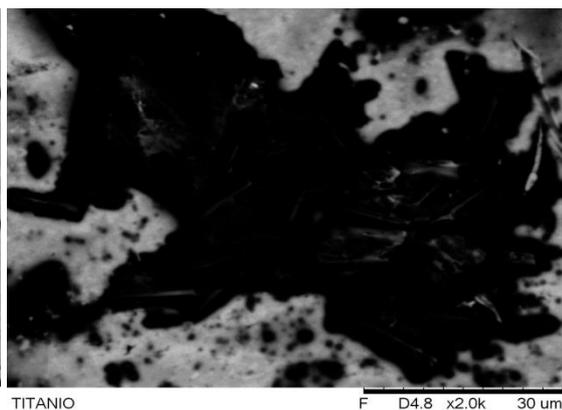
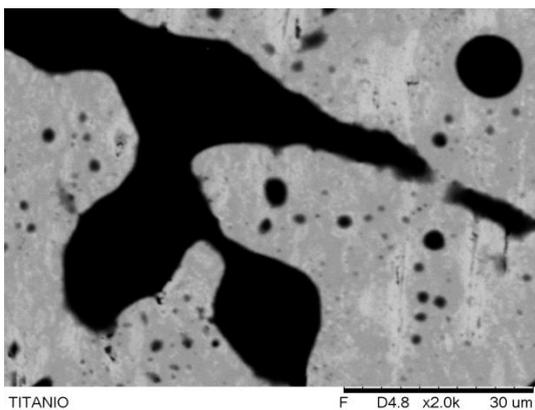
Não atacada com aumento de 2000x

5% : 10% (v/v) com aumento de 2000x



10% : 20% (v/v) com aumento de 2000x

20% : 30% (v/v) com aumento de 2000x



Fonte: Autor, 2017

6. CULTURA DE CÉLULAS

De acordo com os valores obtidos pela média da fluorescência (Tabela abaixo) verificou-se que a superfície de Titânio da **Amostra 1**, tratada com menor concentração de ácidos, foi a que sugeriu a maior capacidade de adesão e proliferação celular.

A amostra não atacada e as amostras 2 e 3 apresentaram valores próximos ao do controle, verificando, em relação às últimas que o tratamento de superfícies com ácidos pode sugerir uma influência no aumento na concentração dos mesmos em relação à proliferação e adesão celular.

Tabela 5: Capacidade de adesão e proliferação celular

	T0 (Fl=544nm/590nm)	hs T24hs (Fl=544nm/590nm)
Controle (sem células)	8,35 x10 ⁷	8,6x 10 ⁷
Amostra 0 (sem ataque)	9,0 x10 ⁷	11 x10 ⁷
Amostra 1 (5% HCl / 10% H ₂ SO ₄)	6,6 x 10 ⁷	4,3 x 10 ⁷
Amostra 2 (10% HCl / 20% H ₂ SO ₄)	7,8x10 ⁷	8,2x10 ⁷
Amostra 3 (20% HCl / 30% H ₂ SO ₄)	7,7 x 10 ⁷	8,6 x 10 ⁷

Fonte: Autor, 2017

7. CONCLUSÃO

Com os resultados da caracterização microestrutural da placa de Ti foi possível observar que a microestrutura é composta por precipitações na fase α' na matriz α . Além disso, observou-se que o material encontra-se na condição recristalizada, devido à presença de grãos equiaxiais.

Foi observado que na microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o aumento da concentração da mistura de ácidos houve um aumento na degradação da placa.

Com os resultados apresentados no cultivo de células, conclui-se que a amostra de concentração 5% HCl / 10% H₂SO₄ da mistura de ácidos possui uma degradação da placa capaz de gerar uma maior estimulação de proliferação celular.

Para futuros trabalhos sugere-se a análise de variação de tempo de ataque numa concentração fixa, já estudada no presente trabalho, com mudança de temperatura e, posterior estudo de cultura de células das amostras.

BIBLIOGRAFIA

1. POUILLEAU, J. et al. Structure and composition of passive titanium oxide films. *materials science and engineering*. v. 47, p. 235-243, 1997.
2. ÁLVARO B. CARDOSO, BELMIRO C. E. VASCONCELOS, DAVID M. DE OLIVEIRA Estudo comparativo da eminectomia e do uso de miniplaca na eminência articular para tratamento da luxação recidivante da articulação temporomandibular *rev bras otorrinolaringol*. v.71, n.1, 32-7, jan./fev. 2005.
3. CASTRO, C. H. S. ,et al. Fratura de miniplaca em tratamento de luxação de atm - que conduta tomar? *arch health invest* (2013) 2(5): 54-58.
4. VENANCIO, R. A. , CAMPIRIS, C. M. Disfunções temporomandibulares: estudo dos procedimentos realizados por profissionais. *Ver. Odontol. UNESP. São Paulo*. 31(2): 191-203. 2002.
5. SUL, Y. T. et al. The electrochemical oxide growth behaviour on titanium in acid and alkaline electrolytes. *medical engineering & physics*. v. 23, p. 329- 346, 2001.
6. BRAGA, F. J. C. Modificação de superfície empregando-se laser e recobrimento de implantes dentários de titânio com apatitas. araraquara. 2007. 158p. doutorado em química. unesp, brasil.
7. RAMANATHAN, LALGUDI V. Corrosão e seu controle. Editora hemus. são paulo, 1995. 337p.
8. FILHO, J. R. L. et al. Fixação interna rígida reabsorvível bioabsorbable internal fixation *Rev. Cir. Traumat. Buco - Maxilo-Facial*, v.2, n.2, p. 31-40, jul/dez – 2002.
9. SCHULTZE, J. W. Stability, reactivity and breakdown of passive films. problems of recent and future research. *electrochimica acta*. v. 45, p. 2499- 2513, 2000.
10. KIPALDI, D. V. et al., Effect of passivation and dry heatsterilization on surface energy and topography of unalloyed titanium implants. *colloids and surfaces a. physicochemical and engineering aspects*. v. 135, p. 89-101, 1998.
11. SUH, J. Y. et al. Effect of hydrotermally treated anodic oxide films on osteoblast attachment and proliferation. *biomaterials*. v. 24, p. 347-335, 2003.

12. ALENCAR, A. C. Estudo das modificações na superfície do Ti cp titânio comercialmente puro e da liga Ti-6Al-4V usados como biomateriais utilizando-se deposição por plasma spray. Araraquara. 2002. Doutorado em química. Unesp, Brasil.
13. PORTO, G. G. VASCONCELOS, B. C. E. Complicação no tratamento de luxação recidivante da articulação temporomandibular: relato de caso. Rev. Cir. Traumatol. Buco-Maxilo-fac., Camaragibe v.10, n.1, p. 63-66, jan./mar. 2010.
14. CUNHA, A. Avaliação do crescimento ósseo em implantes de titânio revestidos por plasma spraying com diferentes interfaces metal – filme. porto alegre. 2008. mestrado em engenharia e tecnologia de materiais. pucrs, brasil.
15. YI, J. H. Characterization of a bioactive nanotextured surface created by controlled chemical oxidation of titanium. surface science. v. 600, p. 4613- 4621, 2006.
16. SANTOS, L. C. B. Avaliação do processo de tratamento de superfície de implantes em titânio. Recife. 2017. Doutorado em odontologia. Ufpe, Brasil.
17. CUNHA, A. et al. A surgical procedure using sheep as an animal model to evaluate osseointegration. revista de clínica e pesquisa odontológica / journal of dental clinics and research, v. 3, p. 59-62, 2007.
18. JUNIOR, E. S. Anodização de titânio comercialmente puro para aplicações biomédicas. rio de janeiro. 2005. 118p. Mestrado em engenharia metalúrgica e materiais. ufrj, brasil.
19. BARROS, V. F. Comportamento Do Titânio Comercialmente Puro Obtidos Por Diferentes Processamentos Submetidos a Soluções Fluoretadas. Rio de Janeiro. 2009. Doutorado em odontologia. Centro Biomédico, Brasil.
20. BAUER, J. R.O. Propriedades mecânicas do titânio e da liga Ti-6Al-4V fundidos em diferentes ambientes. São Paulo. 2007. Doutorado em odontologia. USP, Brasil.
21. JEMAT, A. et al. Surface Modifications and Their Effects on Titanium Dental Implants. Artigo de revisão. BioMed Research International. Volume 2015, Article ID 791725, p. 1. 2015.

22. STEGUES, E. M. S. Tratamento de superfícies de implantes osseointegráveis em titânio: revisão da literatura. Porto Alegre. 2014. Especialização em cirurgia e traumatologia bucomaxilofacial. UFRS, Brasil.
23. XAVIER, S. P. Caracterização e avaliação da biocompatibilidade do titânio submetido a diferentes tratamentos de superfície. Araçatuba. 2002. Doutorado em Odontologia. UNESP, Brasil.
24. AGHELI, H. Nanostructure biointerfaces. materials science and engineering. v. 26, p. 911-917, 2006.
25. LIU, X. et al., Surface modification of titanium alloys, and related materials for biomedical applications. materials science and engineering. v. 47, p. 49- 121.
26. ROBERTSON, D. S, The relationship of physical and chemical processes in bone and blood formation. Medical hypotheses. Vol. 61, p. 623-635, 2010.
27. KOJIMAI, A. N. et al. Efeito do Tratamento de Superfície do Titânio Comercialmente Puro na Resistência de União ao Cisalhamento. Pesq Bras Odontoped Clin Integr, João Pessoa, 9(1):113-117, jan./abr. 2009.
28. LEE, W. J. Oxide nanotube arrays fabricated by anodizing processes for advanced material application. current applied physics. v. 8, p. 818-821, 2008.
29. Metalografia de Ligas de Titânio Utilizadas em Implantes Cirurgicos. <http://www.spectru.com.br/Metalurgia/Nova%20pasta/titanio.htm>.
30. FAVERANI, L. P. Estudo in vitro das alterações na superfície do titânio comercialmente puro e da liga de titânio ti -6al-4v submetida a diferentes tratamentos. Araçatuba. 2012. Mestrado em odontologia. UNESP, Brasil.
31. YI, J. H. Characterization of a bioactive nanotextured surface created by controlled chemical oxidation of titanium. surface science. v. 600, p. 4613- 4621, 2006.
32. PEREIRA et al. Remoção de miniplacas e parafusos na região bucomaxilo-facial: revisão de literatura. Rev. Cir. Traumatol. Buco-Maxilo-Fac., Camaragibe v.5, n.3, p. 17 - 26, julho/setembro 2005.
33. HALIM, N. F. et al. Influência da textura superficial dos implantes. Revista Odonto Ciência. Fac. Odonto/PUCRS, v. 22, n. 55, jan./mar. 2007.
34. JESUS, J. et al. Tratamento superficial de bioativação do titânio. Congresso Latino Americano de órgãos artificiais e biomateriais. Natal, RN. 2012.

35. KONATU, R. T. Avaliação do comportamento mecânico sob deformação da liga ti-30ta visando aplicações biomédicas. Guaratinguetá 2011. Graduação em Engenharia de Materiais. Universidade Estadual Paulista, Brasil.
36. JONES, F. H. Teeth and bones: applications of surface science to dental materials and related biomaterials. v. 42, p. 75-205, 2001.
37. BRANDÃO, M. L. et al. Superfície dos implantes osseointegrados X resposta biológica. Revisão de literatura. Caderno científico. Revista implantnews;7(1):95-10. 2010.
38. COUTINHO; M. P. Influência da morfologia da superfície na molhabilidade do titânio comercialmente puro. Rio de Janeiro. 2007. Mestrado em Ciências dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia, Brasil.
39. AWS COMMITTEE ON HIGH-ENERGY BEAM WELDING AND CUTTING (Eua). Recommended Practices for laser beam welding, Cutting, and drilling. C 7.2:1998 Florida, 1998.108 p.
40. OKESON, J. P. Fundamentos de oclusão e desordens temporomandibulares 2ed. são paulo: artes médicas, 1992.
41. SILVA, J. C. Estudo comparativo de superfícies de titânio utilizadas em implantes. Curitiba – PR. 2006. Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais.
42. FERRAZ, E. P. Superfícies de titânio modificadas por plasma: avaliação in vitro em cultura de células osteoblásticas. Mestrado de cirurgia e cirurgia buco-maxilo-facial. Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, USP. 2012.
43. AIRES, M. M. et al. Análise da preferência celular em diferentes superfícies de Ti exposta ao mesmo meio de cultura. Rev. bras. odontol., Rio de Janeiro, v. 68, n. 1, p. 110-4, jan./jun. 2011.
44. SILVA, J.S.P. Estudo das características físico-químicas e biológicas pela adesão de osteoblastos em superfícies de titânio modificadas pela nitretação em plasma. Doutorado em Medicina. USP, São Paulo. 2008.